



(19) 대한민국특허청(KR)
(12) 공개특허공보(A)

(11) 공개번호 10-2020-0029003
(43) 공개일자 2020년03월17일

(51) 국제특허분류(Int. Cl.)
B01J 19/20 (2018.01) B01J 19/18 (2006.01)
(52) CPC특허분류
B01J 19/20 (2018.01)
B01J 19/1812 (2013.01)
(21) 출원번호 10-2020-7004092
(22) 출원일자(국제) 2018년07월06일
심사청구일자 없음
(85) 번역문제출일자 2020년02월11일
(86) 국제출원번호 PCT/EP2018/068387
(87) 국제공개번호 WO 2019/011811
국제공개일자 2019년01월17일
(30) 우선권주장
17180921.3 2017년07월12일
유럽특허청(EPO)(EP)

(71) 출원인
아란세오 도이치란트 게엠베하
독일 41540 도르마겐 알테 헤어슈트라쎄 2
(72) 발명자
펠러 볼프
독일 42651 줄링겐 블레이히슈트라쎄 7
폴 한스-인골프
독일 51375 레버쿠젠 주더슈트라쎄 20에이
(74) 대리인
(뒷면에 계속)
특허법인아주

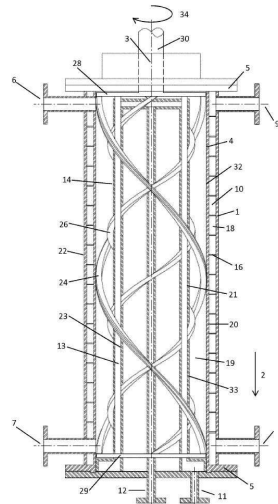
전체 청구항 수 : 총 31 항

(54) 발명의 명칭 연속 중합을 위한 반응기 및 방법

(57) 요약

본 발명은 반응기 및 연속 중합을 위한 방법에 관한 것이고, 폴리머, 특히, 합성 고무의 연속적인 제조를 위한 상기 반응기는 적어도 하나의 실질적으로 관형 반응기 하우징(4)을 포함하고, 상기 반응기 하우징(4)은 교반기가 반응기 하우징(4) 내부에서 회전할 수 있도록 배열된 적어도 하나의 교반기(38)에 연결되는 구동 샤프트(30)를 갖고, 그리고 교반기는 바람직하게는 벽과 가깝거나 또는 벽과 접촉하도록 설계되는, 적어도 1개, 그리고 바람직하게는 2개, 3개 또는 4개의 나선형 혼합 소자(24)를 포함한다.

대표도 - 도2



(52) CPC특허분류

B01J 2219/00085 (2013.01)

B01J 2219/00094 (2013.01)

B01J 2219/185 (2013.01)

(72) 발명자

마그너 폴

독일 40597 뒤셀도르프 프리드호프슈트라쎄 12

바이즈너 우도

독일 53332 본하임 게르바시우스슈트라쎄 8

명세서

청구범위

청구항 1

폴리머, 특히, 합성 고무의 연속적인 제조를 위한 반응기로서, 적어도 하나의 본질적으로 관형 반응기 하우징(4)을 포함하되, 상기 반응기 하우징(4)은 상기 반응기 하우징(4) 내에서 회전 가능하도록 배열된 적어도 하나의 교반기(38)에 연결되는 구동 샤프트(30)를 갖고, 상기 교반기는 바람직하게는 벽과 가깝게 또는 상기 벽과 접촉하게 설계되는, 적어도 1개, 바람직하게는, 2개, 3개 또는 4개의 나선형 혼합 소자(24)를 포함하는, 반응기.

청구항 2

제1항에 있어서, 기하학적 중심축(3)은 본질적으로 수평으로 또는 본질적으로 수직으로 배열되는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 3

제1항 또는 제2항에 있어서, 본질적으로 상기 기하학적 중심축(3)을 따라 배열되는 내부의 이동 본체(displacement body)(14)를 갖는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 4

제1항 내지 제3항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 교반기(38)는 상기 벽과 가깝게 또는 상기 반응기 하우징에 대하여 상기 벽과 접촉하게 설계된 적어도 하나의 나선형 혼합 소자(24), 및 상기 벽과 가깝게 또는 상기 내부의 이동 본체(14)의 표면에 대하여 상기 벽과 접촉하게 설계된 적어도 하나의 나선형 혼합 소자(26)를 갖는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 5

제3항 또는 제4항에 있어서, 상기 내부의 이동 본체(14)는 온도 제어 매체가 상기 내부의 이동 본체를 통해 흐르는 방식으로 설계되는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 6

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 나선형 혼합 소자는, 상기 반응기 하우징(4)에 대한 상기 나선형 혼합 소자(24) 및 상기 내부의 이동 본체(14)에 대한 상기 나선형 혼합 소자(26)의 거리가 상기 반응기 하우징의 방사상 직경에 기초하여 0 또는 0 초과 내지 1%가 되도록 설계되는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 7

제1항 내지 제5항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 반응기 하우징(4)은 반응물질을 상기 반응기 하우징(4)로 이송하고/하거나 생성물을 상기 반응기 하우징(4)으로부터 이송하기 위한 이송 디바이스에 연결되는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 8

제1항 내지 제7항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 반응기는 열 교환기(10)를 갖고, 상기 열 교환기(10)는 결국 상기 반응기 하우징(4)의 부분을 둘러싸는 외부 재킷(22)을 갖고 그리고 나선 격벽(16)이 바람직하게는 상기 외부 재킷(22)과 상기 반응기 하우징(4) 사이에 배열되어 나선형 열 교환기 채널(18)을 형성하는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 9

제1항 내지 제8항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 반응기는 열 교환기(13)를 갖고, 상기 열 교환기(13)는 상기 이동 본체(14)의 부분을 둘러싸는 외부 재킷(23)을 갖고 그리고 나선 격벽(15)이 바람직하게는 상기 외부 재킷

(23)과 상기 이동 본체(14) 사이에 배열되어 나선형 열 교환기 채널(17)을 형성하는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 10

제8항 또는 제9항에 있어서, 상기 열 교환기(10)는 상 변화를 가진 온도 제어, 특히, 비등 냉각에 적합한 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 11

제9항 또는 제10항에 있어서, 상기 열 교환기(13)는 상 변화를 가진 온도 제어, 특히, 비등 냉각에 적합한 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 12

제1항 내지 제11항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 구동 샤프트(30)는 상기 구동 샤프트(30)와 상기 반응기 하우징(4) 사이에 배열된 이중-작용 기계적 밀봉부를 통해 밀봉되고, 상기 기계적 밀봉부는 바람직하게는 중합 조건 하에서 비활성인 배리어 매체를 포함하는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 13

제1항 내지 제12항 중 어느 한 항에 있어서, 적어도 1개, 바람직하게는, 모든 나선형 혼합 소자(24, 26)는 밀봉 테이프(36)가 삽입되는 홈(37)을 포함하는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 14

제1항 내지 제13항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 밀봉 테이프(36)가 상기 반응기 하우징(4)의 표면 또는 상기 내부의 이동 본체의 상기 표면 상에서 스프링 기구(35)를 통해 가압되어, 상기 밀봉 테이프가 상기 반응기 하우징의 상기 표면 또는 상기 내부의 이동 본체의 상기 표면에 대한 상기 반응기의 작동 동안 상기 벽과 가깝거나 또는 상기 벽과 접촉하게 이어지는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 15

제1항 내지 제14항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 밀봉 테이프(36)는 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE), 유리 섬유-강화된 PTFE, 폴리비닐리덴 플루오라이드(PVDF), 에틸렌-테트라플루오로에틸렌 코폴리머(ETFE), 폴리에터-에터-케톤(PEEK), 폴리옥시메틸렌(POM), 폴리에틸렌(PE) 또는 강에 대하여 비-부식성 특성을 가진 금속성 합금으로 이루어진 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 16

제1항 내지 제15항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 교반기(38)의 상기 나선형 혼합 소자(24, 26)가 하나의 부분으로부터 또는 서로 형태-끼워맞춤 방식으로 연결되는 수개의 부분으로부터 상기 전체 반응기 길이에 걸쳐 연속적으로 이루어져서, 이것이 상기 전체 반응기 길이에 걸친 연속적인 나선을 발생시키는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 17

제1항 내지 제16항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 반응기는 상기 회전 방향에서 서로로부터 균일한 거리에 배열되는, 1개 초과, 바람직하게는, 2개, 3개 또는 4개의 나선형 혼합 소자를 포함하는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 18

제1항 내지 제17항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 반응기 하우징(4)의 상기 표면과 수직인 상기 나선형 혼합 소자(24, 26)의 폭은 상기 반응기 하우징과 상기 이동 본체 사이의 환형 갭 폭의 10% 내지 100%, 바람직하게는 15% 내지 50%, 특히 바람직하게는 20% 내지 40% 그리고 매우 특히 바람직하게는 25% 내지 35%인 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 19

제1항 내지 제18항 중 어느 한 항에 있어서, 축방향(경사)에서 상기 반응기 하우징의 상기 표면에 대한 상기 나

선형 혼합 소자(24, 26)의 피치(β)는 $\beta = 10^\circ$ 내지 $\beta < 90^\circ$; 바람직하게는 $\beta = 30^\circ$ 내지 60° 그리고 특히 바람직하게는 $\beta = 50^\circ$ 내지 40° 인 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 20

제4항 내지 제19항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 나선형 혼합 소자(24)의 기울기와 상기 나선형 혼합 소자(26)의 기울기는 상이한 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 21

제1항 내지 제20항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 기하학적 중심축과 평행하게 이어지는, 2개 이상, 바람직하게는 4 내지 8개의 지지 프로파일(31)로 바람직하게 이루어지는 지지 구조체가 상기 나선형 혼합 소자(26)와 상기 나선형 혼합 소자(24) 사이에 부착되는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 22

제21항에 있어서, 상기 지지 프로파일은 직사각형 단면을 갖고 그리고, 방사 방향과 비교할 때, $\gamma = 0^\circ$ 내지 90° , 바람직하게는 $\gamma = 30^\circ$ 내지 60° 그리고 특히 바람직하게는 $\gamma = 40^\circ$ 내지 50° 의 피치(γ)를 갖는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 23

제21항에 있어서, 상기 지지 프로파일은 원형 단면을 갖고 그리고 이 지지 프로파일에 부착되는 직사각형 프로파일은 $\gamma = 0^\circ$ 내지 90° , 바람직하게는 $\gamma = 30^\circ$ 내지 60° 그리고 특히 바람직하게는 $\gamma = 40^\circ$ 내지 50° 의 방사 방향에 대한 피치(γ)를 갖는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 24

제1항 내지 제23항 중 어느 한 항에 있어서, 상기 구동 샤프트(30)의 속도는, 상기 반응기 하우징의 상기 표면상의 상기 나선형 혼합 소자(24)의 주변 속도가 0.05m/s 내지 10m/s, 바람직하게는 0.5m/s 내지 6m/s, 특히 바람직하게는 1m/s 내지 5m/s 그리고 매우 특히 바람직하게는 1.5m/s 내지 3m/s가 되도록 선택되는 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 25

제1항 내지 제24항 중 어느 한 항에 있어서, 반응기 직경(D)에 대한 반응기 길이(L)의 비(L/D)는 1 내지 15, 특히 바람직하게는 2 내지 8 그리고 매우 특히 바람직하게는 3 내지 6인 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 26

제1항 내지 제25항 중 어느 한 항에 있어서, 반응기 하우징 직경(D)과 이동 본체 직경(d)의 비(D/d)는 1.1 내지 3.0, 특히 바람직하게는 1.2 내지 2.0 그리고 매우 특히 바람직하게는 1.3 to 1.6인 것을 특징으로 하는 반응기.

청구항 27

중합 가능한 모노머의 중합을 위한 제1항 내지 제26항 중 어느 한 항에 따른 반응기의 사용.

청구항 28

제27항에 있어서, 폴리머는 합성 고무인 것을 특징으로 하는 반응기의 사용.

청구항 29

중합 가능한 모노머의 중합에 의한 폴리머의 연속 제조 방법으로서, 중합은 제1항 내지 제26항 중 어느 한 항에 따른 반응기에서 수행되는 것을 특징으로 하는 폴리머의 연속 제조 방법.

청구항 30

제29항에 있어서, 제1항 내지 제26항 중 어느 한 항에 따른 반응기(1)에서 본질적으로 상기 반응물질 및 상기

생성물의 순환 흐름 또는 루프 흐름이 부과되고 그리고 상기 중합 동안 상기 반응기 하우징(4) 상의 그리고 상기 이동 본체(14) 상의 상기 열 교환기의 표면(32, 33) 상에 증착되는 고체 또는 젤이 기계적으로 제거되는 것을 특징으로 하는 폴리머의 연속 제조 방법.

청구항 31

제20항 또는 제30항에 있어서, 기계적 제거는 스크레이핑(scraping) 또는 와이핑(wiping)에 의해 수행되는 것을 특징으로 하는 폴리머의 연속 제조 방법.

발명의 설명

기술 분야

[0001] 본 발명은 반응기, 특히, 관형 반응기, 폴리머, 예컨대, 특히, 합성 고무의 연속 제조 방법에서의 상기 반응기의 용도, 및 전술한 방법 자체에 관한 것이다.

배경 기술

[0002] 수직으로 이어진 중심 샤프트를 구비한 본질적으로 관형 하우징을 가진 열 교환기가 제US 4,282,925호에 공지되어 있다. 열 교환기는 스크레이퍼 칼날(scraper blade)의 도움으로 하우징의 내부를 따라 이어지는 스크레이퍼를 갖는다.

[0003] 이러한 열 교환기의 단점은 열 교환기가 축방향 혼합을 허용하지 않고 따라서, 강한 발열 반응의 경우에, 열이 관형 반응기의 유입부에서 매우 국부적으로 생성된다는 것이다. 이것은 열이 오직 반응 구역의 영역 내 작은 냉각 영역에 기인하여 불충분하게 제거될 수 있으므로, 이 시점에 온도의 급격한 증가를 초래한다. 전반적으로, 반응 조건은 제어하기 어렵고 그리고 목적하는 분자량 분포를 설정하는 것은 거의 가능하지 않다.

[0004] 수직으로 이어지는 회전식 중심 나선을 구비한 관형 하우징을 가진 연속 중합 반응기가 제US 3,354,136호에 공지되어 있다. 디바이스는 또한 회전식 스크레이퍼를 사용하여 세정되는, 수개의 동심으로 배열된 냉각면을 포함한다. 중심 나선을 통해, 축방향 이송이 생성되어, 루프 흐름이 중심관 및 냉각면 사이의 환형 갭을 통해 디바이스에서 발생되고, 이는 디바이스의 균질 혼합을 보장한다. 냉각면을 세정함으로써, 냉각면이 깨끗하게 유지되어, 끊임없이 높은 열 소실이 가능하게 된다.

[0005] 그러나, 이 장치의 단점은 중심관 내 중합 용액의 상대적으로 높은 비율이다. 신속하고 그리고 매우 발열성인 중합 반응의 경우에, 이것은 중심관에서 온도 기울기 따라서 바람직하지 않게 넓은 분자량 분포를 초래할 수 있다.

[0006] 열 전달 영역을 증가시키기 위한 수개의 환형 갭의 배열은, 발생된 불용성 성분이 반응기 내부의 회전 부분 상에서 반응 동안 축적되고 따라서 환형 갭을 적어도 부분적으로 막을 수 있는 경우에, 장치의 세정을 더 어렵게 한다. 이것은 장치 내 루프 흐름의 고르지 않은 분포를 초래하고 그리고 불용성 성분을 파괴하고 그리고 불용성 성분을 반응기로부터 배출하는, 화학적 행균 용액을 사용하는 장치의 완전한 세정/행균을 복잡하게 하거나 또는 방지한다.

[0007] 냉각 재킷을 구비한 관형 하우징을 가진 나사 반응기가 제US 3,495,951호에 공지되어 있다. 냉각 매체를 사용하여 또한 냉각될 수 있는, 내부 관이 하우징의 중심에 있다. 중심관과 외부 벽 사이의 환형 갭에서, 장치의 상부 단부에서의 유입부 개구로부터 장치의 밑면에서의 유출부 개구로 반응 용액을 촉진하는, 나사-형상의 회전식 이송 소자가 도입된다. 이 이송 소자는 라미나형 흐름 프로파일(laminar flow profile)을 방지하고 그리고, 심지어 저 흐름 속도 및 작은 레이놀즈 수(Reynolds number)에서, 충분한 방사상 혼합을 행하는 장치를 통한 균일한 흐름이 달성되고, 이는 반응 용액 내 우수한 열 전달을 가능하게 하고 따라서 방사 방향으로의 균일한 온도 제어를 가능하게 한다.

[0008] 강한 발열성의 연속 중합 반응을 위한 이 장치의 단점은 축방향 혼합의 부족 및 플러그 흐름의 형성이다. 이것은 열 소실을 위한 가장 큰 가능한 영역을 구비한 넓은 반응 구역을 방해하고 그리고 반응기 내 고르지 않은 온도 분포를 발생시키고, 이는 바람직하지 않게 넓은 분자량 분포를 촉진한다.

[0009] 이송 소자로서 회전식 나선을 구비한 관형 반응기가 제US 4,383,093호에 공지되어 있다. 이 나선은 오직 축방향에서 약한 혼합 효과를 갖는다. 반응기의 외부 벽을 통해서만 냉각함으로써, 산업적으로 관련된 규모에서 냉각 표면은 작고 그리고 반응기 내부의 불충분하게 혼합된 홀드업(holdup)은 냉각 표면과 비교하여 크다. 따라서,

방사상 온도 기울기는 발열성 액체상 중합을 발생시키고, 이는 바람직하지 않게 넓은 분자량 분포를 초래한다.

발명의 내용

- [0010] 본 발명의 목적은, 중합의 반응 조건이 더 좋은 영향을 받을 수 있고 그리고 특히 목적하는(좁은) 분자량 분포의 설정이 용이하게 될 수 있는, 연속 중합을 위한 반응기 및 방법을 제공하는 것이다.
- [0011] 본 발명에 따르면, 목적은 청구항 제1항의 특징을 가진 반응기 및 청구항 제29항의 특징을 가진 방법에 의해 달성된다. 본 발명의 바람직한 실시형태는 하위 청구항에 명시된다.
- [0012] 특히, 중합에 의한 합성 고무의 생산을 위해 사용될 수 있는, 본 발명에 따른 연속 중합을 위한 반응기는 적어도 하나의 본질적으로 환형 반응기 하우징을 포함한다. 중합을 위한 반응물질, 뿐만 아니라 중합을 시작시키기 위한 첨가제, 용매 및 활성화제는 반응기의 상부 단부에서 하나 이상의 유입 포트를 통해 공급될 수 있다. 또한, 추가의 첨가제, 개시제 또는 모노머는 반응기 높이에 걸쳐 분포되는 임의의 추가의 유입 연결부를 통해 공급될 수 있다. 본 발명의 하나의 실시형태에서, 반응기의 하부 단부에서 중합 용액은 하나 이상의 노즐을 통해 배출된다.
- [0013] 추가의 실시형태에서, 반응기는 또한 하부 단부에서 유입 노즐 그리고 상부 단부에서 또는 수평 위치에서 유출 노즐에 의해 작동될 수 있다.
- [0014] 이동 본체(displacement body)가 반응기 하우징 내부에 설치되고 그리고 본질적으로 기하학적 중심축을 따라 배열된다.
- [0015] 이동 본체와 반응기 하우징의 외부 벽 둘 다는 냉각 또는 가열 매체를 사용하여 냉각 또는 가열될 수 있다. 이 목적을 위해, 하나 이상의 냉각 소자, 예컨대, 냉각 맨틀 또는 가열 맨틀, 절반-파이프 코일 또는 가열 또는 냉각 코일이 반응기 하우징에 적용된다. 이동 본체에는 바람직하게는 하나 이상의 냉각 소자, 예컨대, 온도 제어를 위한 재킷 또는 대응하는 채널이 또한 제공된다. 가열 또는 냉각은 액체 가열 또는 냉각 매체를 통해 또는 비등 또는 응축 매체에 의해 외부 상에서 그리고 내부 상에서 발생할 수 있다. 비등 냉각 매체(boiling cooling medium)의 경우에, 냉각 매체의 증기가 상향에서 이동 본체를 떠날 수 있으므로, 하단부에 위치한 구동부와 이동 본체가 위에서부터 반응기에 끼워지는 수직 반응기로서의 배열이 바람직하다.
- [0016] 여기서 가능한 냉각제는 에틸렌, 에탄, 프로필렌, 프로판, 아이소부탄, 암모니아 등, 뿐만 아니라 단상 사용과 다상 사용 둘 다를 위한, 당업자에게 잘 알려진, 상업적으로 입수 가능한 열 전달 유체이다.
- [0017] 반응 공간은 반응기 하우징과 이동 본체 사이의 반응기 높이에 걸쳐 있는 환형 갭이다.
- [0018] 반응기는 환형 갭 내에서 회전 가능하게 배열되는 적어도 하나의 나선형 혼합 소자에 연결되는 구동부를 갖는다. 2개 이상의 나선형 혼합 소자는 바람직하게는 구동부를 통해 회전되고, 혼합 소자는 중심 샤프트 및 이 샤프트에 부착된 원형 디스크를 통해 구동부에 연결되고 그리고 함께 교반기를 형성한다. 나선형 혼합 소자는 예를 들어, 1개, 바람직하게는 2개 이상의 혼합 소자가 벽과 가깝게 또는 외부 반응기 벽 상의 벽 접촉부와 이어지고 그리고 1개, 바람직하게는 2개 이상의 혼합 소자가 벽과 가깝게 또는 이동 본체의 내부 벽 상의 벽 접촉부와 이어지도록 배열된다.
- [0019] 바람직하게는, 적어도 2개, 3개 또는 4개 나선형 혼합 소자가 원주 방향에서 하나 뒤에 다른 하나가 있게, 바람직하게는, 서로로부터 등거리에 배열된다. 2개의 혼합 소자에 대해 원주 방향에서 각(α) = $180^\circ \pm 5^\circ$ 가 있고, 3개의 혼합 소자에 대해 각(α) = $120^\circ \pm 5^\circ$ 가 있고, 4개의 혼합 소자에 대해 각(α) = $90^\circ \pm 5^\circ$ 가 있는 등이다. 이것은 추가의 중심설정을 초래한다.
- [0020] 내부 나선형 혼합 소자 및 외부 나선형 혼합 소자의 축방향에서 이송 방향은 동일하거나 또는 반대일 수 있고, 반대인 이송 방향은 이것이 루프 흐름으로서 알려진 것을 생성하고 따라서 축방향에서 장치의 특히 우수한 혼합이 달성되므로 바람직하다. 반응기 하우징 상의 나선형 혼합 소자와 원통형 이동 본체의 표면 상의 나선형 혼합 소자 사이의 복잡한 흐름 형성에 기인하여, 특히, 이송 방향이 반대일 때, 효과적인 방사상 혼합이 또한 달성된다. 하나의 실시형태에서, 이 방사상 혼합은 알맞게 지향된 가이드판을 나선형 혼합 소자의 지지 구조체에 부착함으로써 또는 지지 소자 자체의 적절한 성형에 의해 지원될 수 있다.
- [0021] 구동부에 연결되지 않은, 교반기의 단부에서, 혼합 소자는 바람직하게는 예를 들어, 반응기 하우징의 내부 상의 또는 원통형 이동 본체의 외부 상의 대응하는 슬라이드 베어링을 통해 이어지는, 환형 디스크에 단단히 연결되고 따라서 방사상 베어링이 교반기를 위해 형성될 수 있다.

- [0022] "벽과 가깝거나 또는 벽과 접촉하는"은 반응기 하우징의 내부 및/또는 원통형 이동 본체의 외부에 대한 혼합 소자의 거리가 예를 들어, 반응기 하우징의 방사상 직경에 기초하여, 0 또는 0 초과 내지 1%, 바람직하게는 0 또는 0 초과 내지 0.5%임을 의미하는 것으로 이해된다.
- [0023] 반응기 크기에 상관없이, 반응기 하우징의 내부 및 원통형 이동 본체의 외부에 대한 혼합 소자의 거리는 예를 들어, 0 내지 2mm일 수 있다.
- [0024] 반응기 하우징의 내부 및 원통형 이동 본체의 외부에 대한 혼합 소자의 거리가 0%인 실시형태에서, 즉, 혼합 소자와 냉각된 표면 또는 가열된 표면 사이의 접촉 시, 반응기 하우징의 내부와 원통형 이동 본체의 외부가 완전히 스크레이핑되어, 또한 젤로 불리는 폴리머 증착물의 형성이 효과적으로 방지될 수 있기 때문에, 따라서 반응 매체로부터 열-교환 표면을 통해 냉각 매체로의 우수한 열 전달을 보장한다. 대안적인 실시형태에서 반응기 하우징의 내부 및 원통형 이동 본체의 외부에 대한 혼합 소자의 위에서 언급된 작은 거리에 대해, 열-교환 표면 상의 흐름 경계 층의 형성이 방지되고 그리고 강한 전단력에 기인하여 증착물이 방지되므로, 우수한 열 전달이 유지된다. 게다가, 벽과 가깝거나 또는 벽과 접촉하는 나선형 혼합 소자가 열 전달 표면 상의 라미나형 경계 층의 집중적인 교환을 촉진하고, 이는 마찬가지로 열 전달의 증대에 기여한다.
- [0025] 나선형 혼합 소자는 예를 들어, 직사각형 또는 특정한 경우에, 정사각형 단면을 갖고, 하나의 측면은 벽 근방에서 평행하게 또는 반응기 하우징의 열-교환 표면 또는 원통형 이동 본체의 열-교환 표면에 대하여 벽과 접촉하게 이어지고, 따라서 이들에 직각으로 이어지는 혼합 소자의 표면이 열-교환 표면에 대해 수직으로 배열되어, 혼합 소자의 축방향 이송 효과가 최대화된다.
- [0026] 방사 방향에서 혼합 소자의 폭은 예를 들어, 환형 겹 폭의 10% 내지 100%, 바람직하게는 10% 내지 50%, 특히, 바람직하게는 20% 내지 40%이다.
- [0027] 축방향(경사)에서 하우징 벽에 대하여 나선형 혼합 소자의 나선의 피치는 $\beta = 90^\circ$ (수직 혼합 소자) 내지 $\beta = 10^\circ$, 바람직하게는 $\beta = 60^\circ$ 내지 30° , 특히 바람직한 $\beta = 50^\circ$ 내지 40° 일 수 있다. 본 명세서에서 나선형 혼합 소자의 개별적인 나선의 피치는 상이할 수 있고, 특히, 나선형 혼합 소자의 내부 나선의 피치와 외부 나선의 피치는 서로 상이할 수 있다.
- [0028] 나선형 혼합 소자가 벽과 가능한 한 가깝거나 또는 벽과 접촉하는 것을 보장하기 위해서, 외부 혼합 소자와 내부 혼합 소자 사이의 지지 구조체가 유리하고, 이는 회전 동안 혼합 소자에 작용하는 기계적 힘을 흡수하고 그리고 혼합 소자의 기계적 변형을 최소화한다. 이 목적을 위해, 교반기의 전체 길이에 걸친, 2개 이상, 바람직하게는 4 또는 8개의 축방향으로 배열된 관, 막대 또는 평평한 프로파일은 적합하고, 이들은 구동부에 연결된 측면 상의 원형 디스크에 단단히 연결되고 그리고 다른 측면 상에서 방사상 베어링으로서 기능하는 환형 디스크에 단단히 연결되고, 바람직하게는 용접된다.
- [0029] 교반기의 제작 동안, 제작 공정에 기인한 최소 변형은 허용 오차를 매우 낮게 유지하여 나선형 혼합 소자의 위에서 언급된 벽 거리가 전체 반응기 길이에 걸쳐 유지되게 관찰되어야 한다.
- [0030] 바람직한 실시형태에서, 전체 나선형 혼합 소자가 벽과 가깝게 또는 벽과 접촉하게 설계되지 않지만, 나선형 혼합 소자에서 열-교환 표면 상에서 양의 슬라이딩 특성을 나타내는, 재료로 이루어진 밀봉 테이프가 삽입되는, 열-교환 표면과 대면하는 측면 내 홈이 있어서, 벽 접촉의 경우에, 표면에 대한 손상 그리고 교반기 구조체 상의 과잉의 힘이 없다. 사용되는 재료는 예를 들어, 폴리테트라플루오로에틸렌(PTFE), 유리 섬유-강화된 PTFE, 폴리비닐리덴 플루오라이드(PVDF), 에틸렌-테트라플루오로에틸렌 코폴리머(ETFE), 폴리에터-에터-케톤(PEEK), 폴리옥시메틸렌(POM), 폴리에틸렌(PE) 또는 예를 들어, 알브로멧(Albromet)과 같은 비식성 특성(non-eating property)을 가진 금속성 합금일 수 있다.
- [0031] 나선형 혼합 소자의 제작 시 최종 허용 오차를 보상하기 위해서 그리고 반응기의 전체 길이에 걸친 벽 접촉 또는 요구된 작은 벽 간격을 보장하기 위해서, 스프링 밴드는 혼합 소자와 밀봉 테이프 사이의 홈에 삽입된다. 이것은 특히, 조립 동안 플레이(play)의 특정한 양을 보장하고, 이는 교반기가 반응기 하우징에 삽입될 때 필요하다. 또한, 이것이 열-교환 표면에 대해 밀봉 테이프를 가압하여, 목적하는 벽 접촉이 보장된다. 밀봉 밴드가 설치 후 벽 간격의 허용 오차 내에서 고정되므로, 스프링 밴드의 기능은 더 이상 작동 동안 필요하지 않다. 이것은 홈 및 스프링 밴드가 중합 생성물(젤)에 의해 막힐 수 있고 그리고 작동에 지장을 주지 않을 수 있다는 것을 의미한다.
- [0032] 나선형 혼합 소자 또는 소자들이 구동부를 통해 구동될 수 있고, 그리고 힘 전달이 기계 또는 자기 연결에 의해

달성될 수 있다.

- [0033] 기계적 힘 전달을 위한 샤프트를 사용할 때, 이것은 바람직하게는 샤프트와 반응기 하우징 사이에 배열된 이중-작용 기계적 밀봉부를 통해 밀봉되고, 기계적 밀봉부는 특히 중합 조건하에서 비활성인 배리어 매체를 포함한다. 기계적 밀봉부는 밀봉 액체로 충전될 수 있는, 2개 슬라이딩 표면 사이의 환형 챔버 공간을 둘러쌀 수 있다. 특히 가압되는, 배리어 유체는 슬라이드 링의 쌍 둘 다를 윤활할 수 있다. 이것은 반응물질 및/또는 생성물이 슬라이딩 표면 상에 축적되는 것 그리고 누출을 유발하는 것을 방지한다. 합성 고무의 제작 시, 예를 들어, 주변 공기로부터의 대기 수분과 같은, 물의 반응기 하우징의 내부로의 관통이 방지될 수 있다. 이에 의해 물 진입 그리고 가능하게는 연관된 촉매 열화에 기인한 반응기 하우징 내부의 폴리머 반응의 감속이 방지된다. 예를 들어, 용매는 배리어 매체로서 사용될 수 있고, 배리어 매체는 또한 중합 반응에서 사용된다.
- [0034] 젤은 특히 바람직하게는 반응기 하우징의 내부에서 그리고 이동 본체의 외부에서 $0.05\text{m/s} \leq v \leq 10\text{m/s}$, 바람직하게는 $0.5\text{m/s} \leq v \leq 6\text{m/s}$, 특히 바람직하게는 $1\text{m/s} \leq v \leq 5\text{m/s}$ 그리고 가장 바람직하게는 $1.5\text{m/s} \leq v \leq 3\text{m/s}$ 의 속도(v)로 스크레이핑된다. 이러한 속도 및 나선형 혼합 소자의 대응하는 피치에서, 축방향에서 충분히 큰 대량 수송이 적용될 수 있고, 이는 축방향에서 흐름의 우수한 균질 혼합을 초래하고 그리고 흐름과 반응기 하우징 사이의 열 전달을 개선시킨다. 원통형 이동 본체의 표면 상의 나선형 혼합 소자와 반응기 하우징 상의 나선형 혼합 소자 사이의 복잡한 흐름 형태에 기인하여, 특히, 이송 방향이 반대일 때, 효과적인 방사상 혼합이 또한 달성된다.
- [0035] 열 교환기 표면의 세정 빈도는 젤 층의 형성을 효과적으로 방지하도록 바람직하게는 0.2 내지 12s^{-1} , 바람직하게는 2 내지 10s^{-1} 그리고 특히 바람직하게는 3 내지 7s^{-1} 이다. 확정된 원주 속도에서, 이것은 원주에 걸쳐 분포된 나선형 혼합 소자의 수를 발생시킨다.
- [0036] 반응기 하우징, 교환기 및 이동 본체는 예를 들어, 상업적으로 입수 가능한 강과 같은, 반응 조건하에서 충분한 강도 및 내부식성을 갖고 그리고 유지하는, 당업자에게 알려진 모든 재료로 이루어질 수 있다. 저온 적용의 경우에, 예를 들어, -100°C 내지 -30°C 에서, 예를 들어, 오스테나이트강이 적합하다.
- [0037] 반응기 하우징은 바람직하게는 스테인리스강 1.4571 또는 화학 산업에서 통상적이고 그리고 내성이 있는 유사한 강으로 이루어진다.
- [0038] 반응 매체와 접촉하는, 반응기 하우징의 내부는 바람직하게는 내부면의 더 우수한 폴리싱 특성을 위해 감소된 Ti 함량을 가진 스테인리스강 1.4404로 이루어진다.
- [0039] 열-전달 표면은 가열 또는 냉각 면과 반응 공간 사이의 가장 높은 가능한 열 전달 계수를 획득하도록 특히 높은 열 전도도를 가진 적합한 강으로 이루어진다.
- [0040] 열 교환기가 바람직하게는 반응기 하우징의 부분을 둘러싸는 외부 재킷을 갖고, 나선-형상의 격벽이 바람직하게는 외부 재킷과 반응기 하우징 사이에 배열되어 나선-형상의 열 교환기 채널을 형성한다. 구현될 구조적으로 간단한 조치에 의해, 열 교환 매체가 반응기 하우징을 따라 나선에서 흐르고 따라서 대응하는 길이의 열을 반응기 하우징 내 흐름과 교환할 수 있다는 것이 달성될 수 있다. 이것은 반응기 하우징 내 흐름과 열 교환 매체 사이에서 교환될 수 있는 특히 큰 열 흐름을 가능하게 한다. 나선-형상의 열 교환기 채널을 가진 열 교환기의 이러한 구성은 열이 흡수 및/또는 방출될 때, 상 변화, 예를 들어, 증발 및/또는 응축을 구현하지 않는, 예를 들어, 단상 열 교환기 매체에 특히 적합하다. 열이 흡수 및/또는 방출될 때 상 변화, 예를 들어 증발 및/또는 응축을 수행하는 열 교환 매체의 경우에, 격벽이 특히 생략되어, 가장 큰 가능한 난류가 상 변화에 기인하여 열 교환기 내에서 형성될 수 있다. 동시에, 열 교환기의 내부 경계가 반응기 하우징 자체에 의해 형성된다. 이것은 반응기 하우징 내부의 흐름과 열 교환기 사이의 추가의 열 저항을 방지한다. 열 교환 매체는 예를 들어, 나선형 열 교환기 채널을 통해 반응기 하우징 내부의 흐름에 대해 반대 방향으로 또는 그렇지 않으면 흐름 방향으로, 예를 들어, 중합의 시작 시, 즉, 상류에서 높은 냉각 능력이 요구된다면 운반될 수 있다.
- [0041] 이동 본체의 가열 또는 냉각에 대해, 반응기 하우징에 대한 동일한 원리 및 설계 특징이 사용될 수 있다.
- [0042] 반응기 하우징과 이동 본체 사이의 환형 반응 공간의 용적(V)에 대한 관형 반응기 하우징의 내부면($A1$)과 내부의 이동 본체의 외부면($A2$)의 합계(A)의 비는 특히 바람직하게는 $0.1\text{m}^2/\text{m}^3 \leq A/V \leq 100\text{m}^2/\text{m}^3$, 바람직하게는 $1\text{m}^2/\text{m}^3 \leq A/V \leq 60\text{m}^2/\text{m}^3$, 특히 바람직하게는 $5\text{m}^2/\text{m}^3 \leq A/V \leq 40\text{m}^2/\text{m}^3$, 매우 특히 바람직하게는 $8\text{m}^2/\text{m}^3 \leq A/V \leq 30\text{m}^2/\text{m}^3$ 이다.

- [0043] 반응기 하우징의 내부 상의 경계 층의 형성을 방지하는, 벽과 가깝거나 또는 벽과 접촉하는 나선형 혼합 소자에 기인하여, 비교적 얇은 관형 반응기를 제공하는 것이 가능하고, 이의 반응기 하우징은, 특히 이동 본체가 또한 냉각 가능하고 그리고 또한 벽 근방의 또는 벽과 접촉하는 나선형 혼합 소자가 세정되므로, 둘러싸인 용적과 비교하여 비교적 큰 내부 영역을 갖는다. 반응기의 비교적 큰 내부면(A)에 기인하여, 이에 대응하여 높은 열 교환기 능력이 설치될 수 있다. 동시에, 본질적으로 균질한 온도 분포가 방사상에서 그리고 특정 방향에서 달성되기가 더 쉬울 수 있다. 동시에, 관형 반응기는 너무 두꺼운 벽 두께를 선택하는 일 없이 더 높은 내부 압력을 견딜 수 있다. 이것은 반응 매개변수를 심지어 더 큰 압력 범위에 걸쳐 설정 및 제어하는 것을 가능하게 한다.
- [0044] 1 내지 15, 특히 바람직하게는 2 내지 8, 매우 특히 바람직하게는 3 내지 6의, 반응기 직경(D)에 대한 반응기 길이(L)의 비(L/D)가 특히 바람직하고, 반응기 내부의 길이는 반응기 직경에 의한 반응기 내부의 직경 및 반응기 길이로 이해된다.
- [0045] 반응기 직경(D)과 이동 본체 직경(d)의 비(D/d)는 바람직하게는 1.1 내지 3.0, 특히 바람직하게는 1.2 내지 2.0 그리고 매우 특히 바람직하게는 1.3 내지 1.6이다.
- [0046] 본 발명은 또한 반응기 하우징 내에서 중합 가능한 모노머를 중합시킴으로써 합성 고무의 생산을 위해, 위에서 설명된 바와 같이 설계될 수 있고 그리고 더 개발될 수 있는, 위에서 설명된 관형 반응기의 사용에 관한 것이다.
- [0047] 본 발명의 맥락에서, 합성 고무는 자연적으로 발생되지 않는 탄성중합체를 의미하는 것으로 이해된다. 바람직한 합성 고무는 부틸 고무, 폴리부타다이엔(BR) 및 폴리스타이렌 부타다이엔(SBR), 에틸렌 프로필렌 다이엔 고무(EPDM), 폴리아크릴로니트릴 부타다이엔 고무(NBR), 수소화된 폴리아크릴로니트릴 부타다이엔 고무(H-NBR), 플루오로 고무(FKM)이고, 폴리클로로프렌(CR) 및 폴리에틸렌-비닐 아세테이트(EVA 또는 $\dot{E}_{VM}$)가 이해되고, 위에서 언급된 합성 고무는 예를 들어, 5,000 내지 5,000,000g/mol의 몰 질량을 가질 수 있다.
- [0048] 특히 바람직한 합성 고무는 부틸 고무 및 폴리부타다이엔(BR), 매우 특히 바람직하게는 300,000 내지 1,000,000g/mol의 몰 질량을 가진 부틸 고무 및 5,000 내지 1,000,000g/mol의 몰 질량을 가진 폴리부타다이엔(BR)이고, 300,000 내지 1,000,000g/mol의 몰 질량을 가진 부틸 고무가 훨씬 더 바람직하다.
- [0049] 부틸 고무는 아이소부텐(2-메틸프로펜)과 아이소프렌(2-메틸부타-1,3-다이엔)의 코폴리머이다. 아이소프렌으로부터 얻는 부틸 고무 내 반복 단위의 비율은 예를 들어, 0% 초과 내지 5%, 바람직하게는 1.8 내지 2.3mol%이다.
- [0050] 중합은 일반적으로 촉매의 존재 시 -100℃ 내지 -30℃, 바람직하게는 -100℃ 내지 -40℃ 그리고 특히 바람직하게는 -100℃ 내지 -60℃의 온도에서 아이소부텐과 아이소프렌의 공중합으로서 수행된다. 소위 "용해 공정"을 위한 소위 "슬러리 공정" 클로로메탄에 대해, 예를 들어, 탄화수소, 예컨대, 특히, 열린-사슬 또는 고리형, 분기형 또는 비분기형 펜탄, 헥산 또는 헵탄 또는 이들의 혼합물이 용매로서 사용될 수 있고, 전술한 펜탄 및 헥산 또는 이들의 혼합물이 바람직하다.
- [0051] 공정 제어에 따라, 예를 들어, 다이에틸 알루미늄 염화물, 에틸 알루미늄 이염화물, 다이메틸 알루미늄 염화물, 메틸 알루미늄 이염화물 또는 이들의 혼합물과 같은, 알루미늄 염화물 또는 알루미늄 알킬 할로젠화물이 자체가 공지된 방식으로 촉매로서 사용될 수 있다. 촉매 또는 촉매들이 예를 들어, 소량의 프로톤 용매, 예컨대, 물, 염산, 염화수소 또는 지방족 알코올, 예컨대, 메탄올에 의해 활성화되고, 그리고 중합될 모노머는 용매에 부유된 채로 또는 용해된 채로 추가되고, 중합이 발생하는 용매는 바람직하게는 용매로서 사용된다.
- [0052] 관형 반응기의 구조적 설계에 기인하여, 관형 반응기 내부의 반응 조건이 집중적인 축방향 및 방사상 혼합에 기인하여, 잘 예측될 수 있고, 그리고 이에 대응하여 쉽게 영향을 받을 수 있고 그리고 제어될 수 있다. 반응기 내용물의 평균 점도는 모노머의 목적하는 전환에 따라, 수십 내지 수백 mPas의 범위 이내이다. 달리 언급되지 않는다면, 점도는 ISO 1628 또는 이와 관련된 것에 따라 23℃의 온도에서 모세관 점도측정에 의해 결정된다.
- [0053] 집중적인 혼합에 기인하여, 반응이 전체 반응 용적에 고르게 진행되어, 전체 열 전달 표면은 열 소실을 위해 사용될 수 있다. 마찬가지로, 점도가 집중적인 혼합에 기인하여 전체 반응 용적에서 낮게 유지되고, 그리고 예를 들어, 반응이 플러그 흐름의 경우에 진행될 때 증가되지 않아서, 달성되는 열 전이가 전체 열 전달 영역에 걸쳐 끊임없이 높게 유지된다. 덮개의 제거 또는 벽 근방의 또는 벽과 접촉하는 나선형 혼합 소자에 의한 열 전달 표면 상의 경계 층의 갱신이 또한 이것에 기여한다.

도면의 간단한 설명

[0054] 본 발명은 바람직한 예시적인 실시형태에 기초하여 첨부 도면을 참조하여 아래에 더 상세히 설명된다.

도 1은 반응기의 개략적인 측면도,

도 2는 액체 냉각을 행하는 반응기의 개략적인 단면도,

도 3은 2개의 내부 나선형 혼합 소자 및 2개의 외부 나선형 혼합 소자를 구비한 교반기의 개략적인 측면도,

도 4는 액체 냉각을 위한 이동 본체의 개략적인 단면도,

도 5는 증발 냉각을 위한 이동 본체의 개략적인 단면도,

도 6은 스프링-장착된 밀봉 테이프를 구비한 나선형 혼합 소자의 개략적인 단면도,

도 7은 밀봉 테이프의 탄성 장착을 위한 스프링 밴드의 개략적인 상세도,

도 8은 증발 냉각을 위한 반응기의 개략적인 단면도.

발명을 실시하기 위한 구체적인 내용

[0055] 도 1에 도시된 반응기(1)는 중력 방향(2)과 평행하게, 즉, 수직으로 정렬되는 기하학적 중심축(3)을 갖는다. 반응기(1)는 플랜지형 단부판(5)에 의해 단부면 상에서 폐쇄되는 관형 반응기 하우징(4)을 갖는다. 반응물질은 적어도 하나의 유입부(6)를 통해 관형 반응기 하우징(4)으로 도입될 수 있다. 발생된 생성물은 유출부(7)를 통해 반응기(1)를 떠날 수 있다. 교반 효과에 기인하여, 반응기 내부에 거의 이상적으로 혼합된 반응 용액이 있다. 반응물질을 유입부(6)를 통해 연속적으로 공급함으로써, 반응 용액은 반응기 하우징(4)으로부터 유출부(7)를 통해 연속적으로 이동된다. 따라서 반응기(1)는 연속 중합을 수행하도록 연속적으로 작동된다.

[0056] 도 2에 도시된 바와 같이, 중합 동안 생성된 반응 열은 반응기 하우징(4) 내 열 교환기(10)를 통해 그리고 내부의 이동 본체(14) 내 열 교환기(13)를 통해 제거될 수 있다. 열 교환기는 열 교환기의 외부면(열 교환기(10)에 대해 22, 열 교환기(13)에 대해 23)에 의해 반응 공간에서 이격되어 대면하는 측면에 제한된다. 냉각 매체의 상 변화 없이 가열 또는 냉각의 경우에, 반응기 하우징(4) 내 열 교환기(10) 및 내부의 이동 본체(14) 내 열 교환기(13)에는 열 교환기(10 및 13)에서 나선형 열 교환기 채널(열 교환기(10)에 대해 18, 열 교환기(13)에 대해 17)을 제한하는, 나선-형상의 격벽(열 교환기(10)에 대해 16, 열 교환기(13)에 대해 15)이 제공되고, 결과적으로, 열 교환 매체의 유입부(반응기 하우징 내 열 교환기(10)에 대해 8, 이동 본체(14) 내 열 교환기(13)에 대해 11)로부터 열 교환 매체의 유출부(반응기 하우징 내 열 교환기(10)에 대해 9, 이동 본체(14) 내 열 교환기(13)에 대해 12)로의 열 교환 매체의 확정된 흐름이 달성된다. 열 교환기(10 및 13)를 통한 열 교환 매체의 충분히 높은 흐름이 나선형 열 교환기 채널(18 및 17) 내 높은 레이놀즈 수를 가진 큰 난류를 생성하고, 이에 의해 열 교환 매체의 측면 상의 열 교환기 표면(열 교환기(10)에 대해 20, 열 교환기(13)에 대해 21) 상의 높은 열 전달 계수가 달성된다. 게다가, 높은 냉각 매체 스트림에 기인한 발열성 중합 반응의 냉각 관례의 경우에, 열 교환기 채널을 따른 냉각 매체의 가열이 제한되어, 반응 공간(19)의 균일한 온도 제어가 가능하게 된다. 이론상으로, 수개의 열 교환기를 반응기 하우징 내에 그리고 이동 본체 내에 둘 다에 직렬로 배열하는 것이 가능하고, 이들 각각은 별개의 유입부 및 유출부를 가져서, 냉각 매체의 가열이 더 감소될 수 있고 그리고 반응 공간의 균일한 온도 제어가 더 개선된다.

[0057] 반응 챔버(19)에서, 예시적인 실시형태에서 벽과 가깝게 또는 반응기 하우징(4)에 대하여 벽과 접촉하게 배열되는 2개의 나선형 혼합 소자(24) 및 벽 근방에 또는 이동 본체(14)의 외부에 대하여 벽과 접촉하게 배열되는 2개의 나선형 혼합 소자(26)로 이루어진 교반기가 포함된다. 내부 나선 및 외부 나선의 수는 생성물 측면 상의 열 교환기 표면(32 및 33)의 세정 빈도에 의해 결정된다. 증가된 반응기 직경 및 반응기 하우징 상의 교반 소자의 변함없는 주변 속도에 대해, 따라서 혼합 소자의 수는 $3 \text{ 내지 } 7 \text{ s}^{-1}$ 의 거의 변함없는 세정 빈도를 획득하도록 증가된다.

[0058] 나선형 혼합 소자(24 및 26)는 원형 디스크(28)를 통해 구동 샤프트(30)에 연결된다. 구동 샤프트에서 이격되어 대면하는 교반기의 단부에서, 나선형 혼합 소자(24 및 26)는 반응기 하우징(4) 및/또는 이동 본체(14)와 타이트 플레이(tight play)를 행하고, 따라서 교반기의 부가적인 중심 설정을 보장하는, 환형 디스크(29)에 연결된다. 2개 이상의 지지 프로파일(31)로 이루어진 지지 구조체는 교반기를 안정화시키도록 사용되고, 지지 프로파일은 접촉 지점에서 나선(24 및 26)에 의해 교반기에 단단히 연결(용접)된다. 게다가, 지지 프로파일(31)은 원형 디스크(28) 및 환형 디스크(29)에 단단히 연결(용접)된다. 지지 프로파일은 막대 또는 판으로 또는 평평한 프로파

일로 이루어질 수 있다.

- [0059] 생성물 측면 상의 열 교환기 표면(열 교환기(10)에 대해 32, 열 교환기(13)에 대해 33)이 벽 근방의 또는 벽과 접촉하는 혼합 소자에 의해 세정되어, 불용성 폴리머 성분(젤)이 부착되지 않고 그리고 생성물 측면 상의 열 전달 계수가 감소되지 않는다. 게다가, 열 교환기 표면 상의 경계 층이 결과적으로 끊임없이 갱신되어, 반응 공간의 내부로부터 열 교환기 표면으로의 열 흐름이 증대된다.
- [0060] 예시적인 실시형태에서, 외부 나선(24)이 회전 방향으로 하향으로 지향되고, 그리고 내부 나선(26)이 상향으로 지향된다. 결과적으로, 루프 흐름이 유입부(6)로부터 유출부(7)로의 생성물 흐름 방향에 부과되어서, 거의 이상적인 혼합 및 거의 균질한 온도 분포가 반응 공간(19)에 있고, 이는 중합 반응 시 좁은 그리고 확정된 분자량 분포를 초래한다.
- [0061] 생산 시, 필요한 최소 벽 거리 또는 심지어 벽 접촉이 반응기의 모든 지점에서 보장되는 이러한 정확도로 나선형 혼합 소자를 제작하는 것은 매우 복잡하고 비용이 많이 든다. 따라서, 나선형 혼합 소자는 더 긴 벽 거리로 제작되고 그리고 벽 근접 또는 벽 접촉은 전체 나선형 혼합 소자에 걸쳐 이어지는 홈 내 스프링-로딩된 밀봉 테이프를 통해 보장된다.
- [0062] 도 6은 스프링 테이프(35)를 통해 탄성 있게 장착되는 밀봉 테이프(36)를 구비한 나선형 혼합 소자(24 및 26)를 통한 단면을 도시한다. 스프링 밴드(35)가 홈에 삽입된다. 밀봉 테이프는 플레이에 의해 나선형 혼합 소자의 홈에 피팅된다. 외부 나선형 혼합 소자(24)의 밀봉 테이프(36)는 교반기의 삽입 전에 반응기 하우징(4) 상의 반응 공간(19)으로 약간 돌출되고; 내부 나선형 혼합 소자(26)의 밀봉 테이프(36)는 교반기의 삽입 전에 이동 본체(14) 상의 반응 공간(19)으로 약간 돌출된다. 교반기가 삽입될 때, 밀봉 테이프가 스프링 밴드의 스프링 힘에 대해 홈으로 가압되어, 교반기가 삽입된 후, 밀봉 테이프는 스프링 밴드에 의해 반응기 하우징 또는 이동 본체에 대해 가압된다. 이 방식으로, 벽과 접촉하는 밀봉 테이프의 위치가 달성되고; 임의의 제작 허용 오차의 경우에, 밀봉 테이프가 위에서 언급된 허용 오차 내에서 적어도 벽과 매우 가까워서, 충분한 벽 세정 및 경계 층 갱신이 보장된다.
- [0063] 작동 동안, 홈이 불용성 폴리머 성분(젤) 또는 다른 고체에 의해 막히게 될 수 있지만, 밀봉 테이프는 스프링 밴드와 반응기 하우징 사이 또는 스프링 밴드와 이동 본체 사이의 위치에 충분히 작은 벽 간격을 가진 채 고정되고, 오직 스프링 밴드의 기능이 감소되지만, 이것은 교반기가 작동 동안 도입된 후 더 이상 요구되지 않는다.
- [0064] 도 7은 스프링 밴드(35)의 실시형태를 도시한다. 스프링 힘은 여기서 재료의 유형, 재료 두께 및 스프링 암의 디스플레이에 의해 영향 받을 수 있고 그리고 쉽게 조정될 수 있다.
- [0065] 도 5는 예를 들어, 에틸렌, 프로판 또는 암모니아와 같은 증발 냉각 매체를 구비한 비등 냉각 시스템을 위한 이동 본체(14)의 실시형태를 도시한다. 상 변화 없는 열 교환 매체의 버전과 비교할 때, 이동 본체의 열 교환기 내 나선 격벽이 제거된다. 냉각 매체의 압력 손실을 감소시키기 위해서, 2-상 유출 혼합물을 위한 더 큰 배출 노즐이 권장된다. 도 8은 비등 냉각을 행하는 반응기의 개략적인 단면도를 도시한다. 2-상 냉각 매체가 냉각재 챔버로부터 나갈 수 있는 것을 보장하도록 반응기의 하부 단부에 구동 샤프트(30)를 배열하고 그리고 반응기의 상부 단부에 이동 본체 내 열 교환 매체를 위한 유입부(11) 및 유출부(12)를 배열하는 것이 본 명세서에서 바람직하다.
- [0066] **실시예:**
- [0067] 70mm의 이동 본체 직경(d)($d/D = 0.7$)을 가진 중심 이동 본체 및 전체 반응기 길이에 걸쳐 4개의 나선형 혼합 소자(2개의 나선형 혼합 소자는 각각의 경우에 반응기 하우징의 외부면 상의 벽에 가깝고 그리고 2개의 나선형 혼합 소자는 내부의 이동 본체의 표면의 벽과 가까움(각각 거의 1mm의 거리))를 구비한 하나의 교반기를 구비한, 320mm의 반응기 길이(L) 및 100mm의 반응기 직경(D)($L/D = 3.2$)을 가진 테스트 반응기에서, 33.5중량% 용매(알칸), 모노머로서 1.5중량% 아이소프렌 및 65중량% 아이소부텐으로 이루어진 반응물질 용액이 연속적으로 계측되었다. 반응물질 스트림이 반응기에서 15분의 평균 체류 시간이 있도록 치수 설정되었다. 반응기는 액체로 완전히 충전되었다.
- [0068] 중합 반응을 활성화시키기 위해서, 개시제(에틸렌알루미늄 이염화물, EADC)의 용액은 반응기 유출부에서 총 용액 내 폴리머의 비율이 10 중량% 내지 15중량%인 양으로 추가로 계측되었다. 개시제는 모노머와 동일한 용매에서 용해되었다.
- [0069] 중합은 극저온 조건하에서 발생하고, 즉, 반응물질 용액 및 개시제를 함유한 용액은 반응기에 진입하기 전에

-80 내지 -60℃의 유입 온도로 냉각되었고, 그리고 반응기는 또한 재킷 측면 상에서 액체 냉각을 통해 -65℃의 변함없는 반응 온도로 유지되었다. 내부의 이동 본체의 냉각은 반응 공간에 대한 하우징 벽의 높은 표면적 대 용적 비에 기인하여 이 규모에서 불필요하다.

[0070]

외부 나선형 혼합 소자의 주변 속도는 거의 0.5m/s이다.

[0071]

전술한 조건하에서, 420 내지 480kg/mol의 물 질량 및 2.3 내지 2.6의 다분산도를 가진 좁은 물 질량 분포를 가진 부틸 고무(아이소부텐 및 아이소프렌의 코폴리머)가 재생 가능하게 획득되었다.

[0072]

반응기의 실행 시간은 불용성 폴리머 부분의 제거가 특히, 교반기의 인출선 및 부분으로부터 필요하기 전에 열 전달 특성의 감소 없이 5 내지 10일의 범위 내이고, 이는 반응기의 압력의 증가 그리고 반응 공간의 감소를 초래하고, 즉, 체류 시간의 감소를 초래한다.

부호의 설명

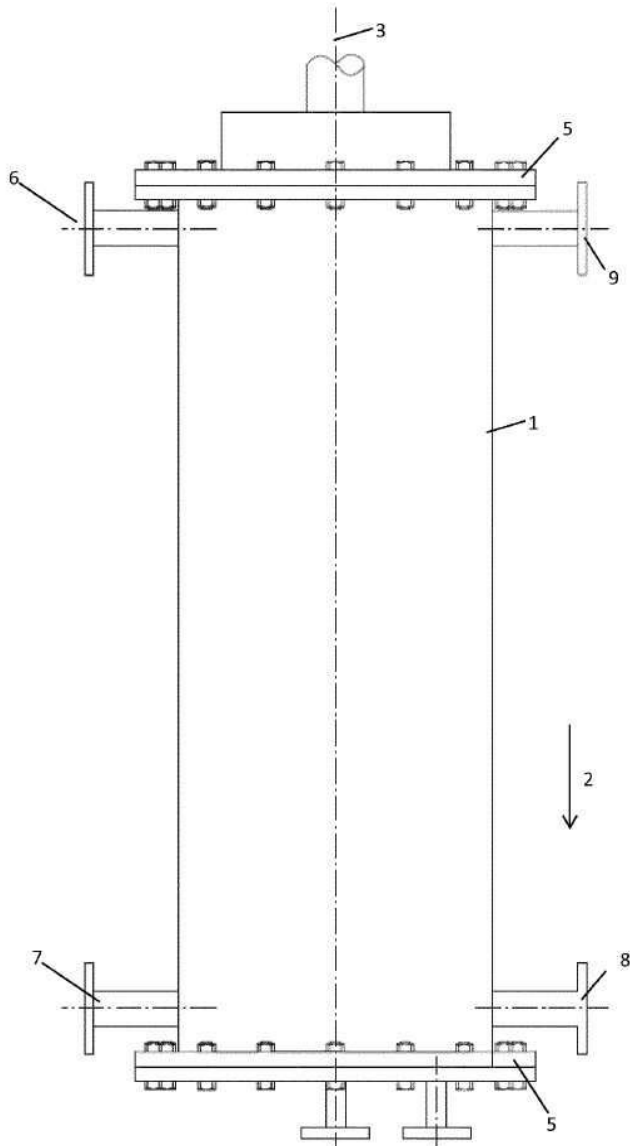
[0073]

- 1: 반응기 2: 중력 방향
- 3: 기하학적 중심축 4: 관형 반응기 하우징
- 5: 단부판 6: 유입부
- 7: 유출부
- 8: 반응기 하우징 내 열 교환기(10)를 위한 열 교환 매체의 유입부
- 9: 반응기 하우징 내 열 교환기(10)를 위한 열 교환 매체의 유출부
- 10: 반응기 하우징 내 열 교환기
- 11: 이동 본체 내 열 교환기(13)를 위한 열 교환 매체의 유입부
- 12: 이동 본체 내 열 교환기(13)를 위한 열 교환 매체의 유출부
- 13: 이동 본체 내 열 교환기 14: 이동 본체
- 15: 이동 본체 내 열 교환기(13)를 위한 나선형 격벽
- 16: 반응기 하우징 내 열 교환기(10)를 위한 나선형 격벽
- 17: 이동 본체 내 열 교환기(13) 내 나선형 열 교환기 채널
- 18: 반응기 하우징 내 열 교환기(13) 내 나선형 열 교환기 채널
- 19: 반응 공간
- 20: 반응기 하우징 내 열 교환기(10)를 위한 열 교환 매체의 측면 상의 열 교환기 표면
- 21: 이동 본체 내 열 교환기(13)를 위한 열 교환 매체의 측면 상의 열 교환기 표면
- 22: 반응기 하우징 내 열 교환기(10)의 외부 재킷
- 23: 이동 본체 내 열 교환기(13)의 외부 재킷
- 24: 반응기 하우징(4)의 벽과 가깝거나 또는 벽과 접촉하는, 외부 나선형 혼합 소자
- 26: 이동 본체(14)의 벽과 가깝거나 또는 벽과 접촉하는, 내부 나선형 혼합 소자
- 28: 원형 디스크 29: 환형 디스크
- 30: 구동 샤프트 31: 지지 프로파일
- 32: 반응기 하우징(10) 내 열 교환기에 대한 생성물 측면 상의 열 교환기 표면
- 33: 이동 본체(13) 내 열 교환기에 대한 생성물 측면 상의 열 교환기 표면
- 34: 회전 방향 35: 스프링 밴드
- 36: 밀봉 테이프 37: 흡

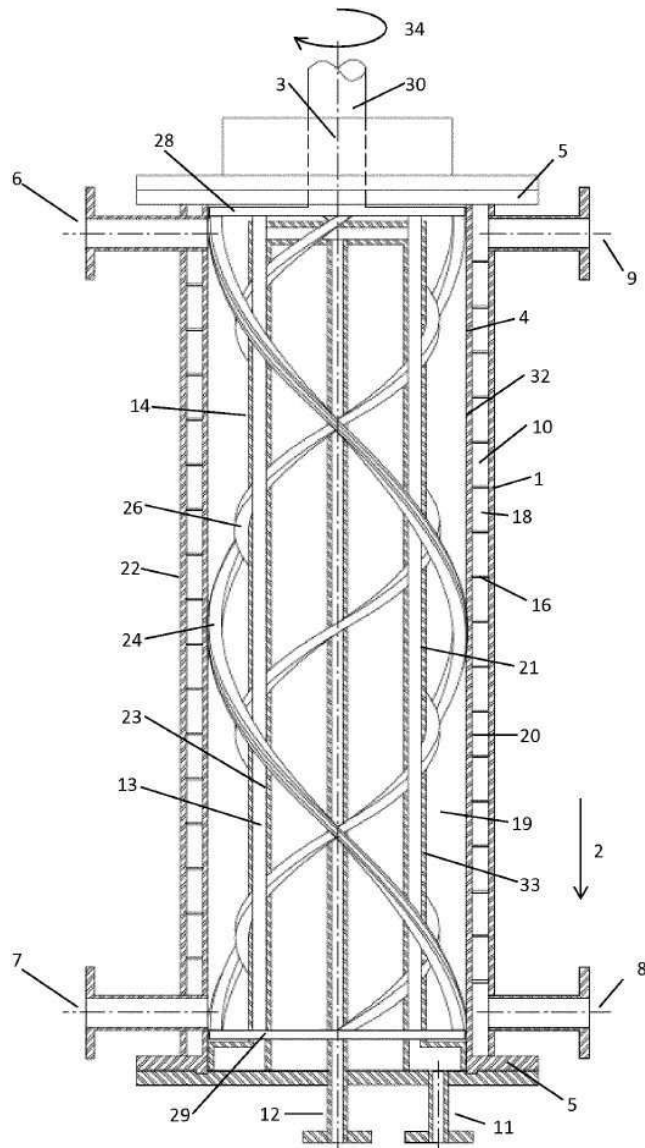
38: 교반기

도면

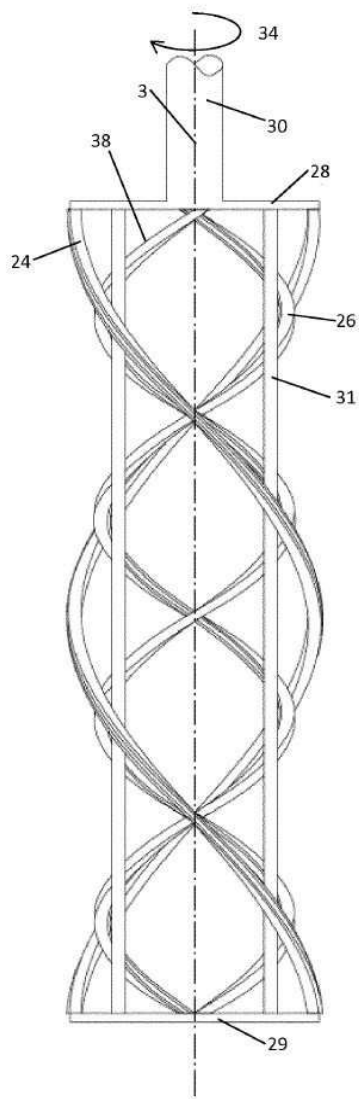
도면1



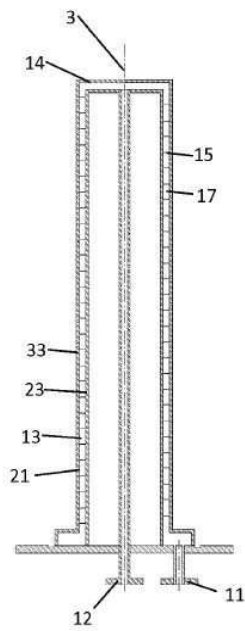
도면2



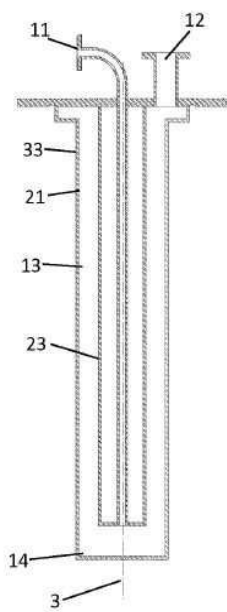
도면3



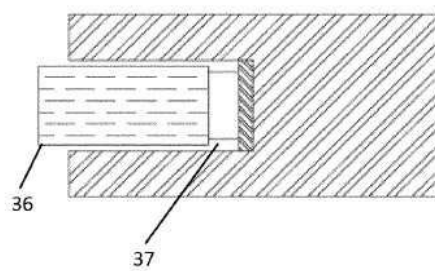
도면4



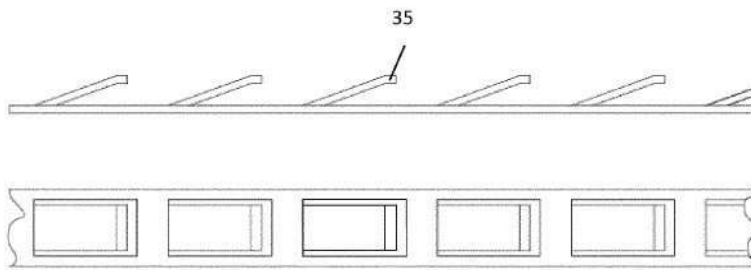
도면5



도면6



도면7



도면8

